



〔12〕发明专利申请公开说明书

〔11〕 CN 86 1 04888 A

〔43〕公开日 1988年2月17日

〔21〕申请号 86 1 04888

〔22〕申请日 86.8.7

〔71〕申请人 梅姆特克有限公司

地址 澳大利亚新南威尔士州帕拉马塔麦奎里街 60 号

〔72〕发明人 道格拉斯·莱昂斯·福特
埃里克·威廉·安德森
克林顿·弗吉尔·科普

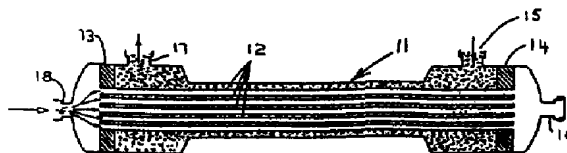
〔74〕专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 罗 宏 魏金玺

〔54〕发明名称 悬浮液中固体的浓缩

〔57〕摘要

用于浓缩悬浮料液中微细固体的浓缩器(10)。具有套管(11)，在其内部有一束微孔纤维(12)。加压悬浮料液进入入口(15)，并通过纤维(12)的外壁，清液从纤维(12)的空腔经出口(16)流出，而被浓缩了的料液通过出口(17)排放。残留在套管内的固体是这样被去除的：先用加压液体撑大纤维的所有的孔，洗出一切残留的固体，然后再用有足够压力的气体，确保气体将通过纤维较大的孔，除去套管(11)内的固体，通过出口(17)送往外部一收集点。



1、浓缩悬浮液中固体的一种方法，步骤包括：

(I) 将悬浮液加到套管或壳内的弹性微孔空心纤维的外表面上，使得：

(a) 部份悬浮液通过纤维壁，从纤维腔中成为清液流出，

(b) 至少一部份固体截留在纤维上或纤维内，或在套管内，而未被截留固体连同残留液体一起从套管中除去。

(II) 从套管中排出截留的固体，通过纤维腔施加：

(a) 加压液体，使其通过基本上所有的孔，从而把基本上所有的孔都撑大，以洗出截留固体，接着

(b) 压缩气体，使其通过较大的孔来撑大这些孔，以除去这些孔内的截留固体，并吹洗纤维的外壁和套管内部，将任何固体从套管内除去，转移到外部收集点。

2、按照权利要求 1 中所述的一种方法，其中使用压缩气体的步骤包括：

(a) 起初使用的气体压力低于纤维壁的饱和压力点，以置换纤维空腔内的任何液体，

(b) 用液体密封套管及纤维的外表面，

(c) 增高气体的压力，使其超过纤维壁的饱和压力点，并且，

(d) 释放液体密封，使被捕获的气体能基本上均匀地穿过纤维壁逃逸。

3、按照权利要求 1 或 2 中所说的一种方法，其中所说本方法的步骤是：利用固体截留和固体排出的重复循环，作为一个连续流程来运行。

4、按照权利要求3所说的一种方法，其中所说的在固体排出步骤之后，要推迟一段足够的时间，才恢复悬浮料液流过纤维，以便让胀大的孔恢复到它们原来的孔径，从而使悬浮料液中过大粒度的颗粒不能进入或通过扩大的孔。

5、按照权利要求4所说的一种方法，其中所说的延迟恢复悬浮料液的流动，是通过高于悬浮料液压力的气体，并让其压力以一定的速率下降到低于料液压力，这种速率将使纤维的孔在料液流动恢复前，得以恢复到它们的原始孔径。

6、按照权利要求1所述的一种方法，其中所说的离开套管的处理过的悬浮料液流用阀门装置加以控制，以给进料液提供一个反压力。

7、按照权利要求2所述的一种方法，其中所说的供密封套管的液体是加料液体。

8、按照权利要求3的一种方法，其中所说的固体排出步骤后面接着的是润湿剂添加步骤。

9、按照权利要求3所述的一种方法，其中所说的固体排出步骤，其后面接着的是恢复加料，并且有足够的压力来压缩残留在纤维孔内的气泡，以帮助气泡从孔内排出，并维持气体在料液和/或清液中有足够的溶解度。

10、用于浓缩悬浮料液中微细固体的浓缩器，它包括：

(I) 套管，

(II) 套管内的大量有弹性，空心，微孔高聚物纤维，

(III) 向纤维外面供应加压悬浮料液的装置，

(IV) 从纤维腔内吸出清液的装置，

(V) 先把液体后把气体在压力下送入纤维腔，以实现穿透滤膜

清洗纤维的装置，液体的压力要足够高，以撑大纤维的基本上所有的孔，气体压力也要足够高，以确保气体能通过纤维的较大的孔，以除去其内部截留的任何固体，并吹洗纤维的外壁和套管内部，将任何固体从套管内除去转移到外部收集点。

1 1、按照权利要求 1 0 所述的一种浓缩器，还包括在压缩气体置换了纤维腔内的液体后，将相对不可压缩液体密封在套管内，从而使气体能在高于纤维壁饱和压力点的压力下，被捕获在腔内的装置，以及能够突然释放气体，使其基本上均匀地通过纤维壁的装置。

悬浮液中固体的浓缩

本发明涉及浓缩悬浮料液中的微细固体。

浓缩悬浮液中微细固体的问题与使悬浮液恢复为清液的问题是相互补充的。

清液生产者通常将所有可见的痕量固体看做是废物。采用的方法常包括加入絮凝剂和助滤剂，这会污染固体。固体的含量有变低的倾向，这就促使采用一些方法从连续加料的悬浮料液罐中转移走清液，罐中固体含量增加，直到呈现一些有害的影响后，需要将悬浮料液罐中物料排卸到其他一些设备中去。恒定地累积固体会稳定地减慢生产，而采用一些连续排放浓缩固体的设备，则可使生产率提高。

相反，微细粉状固体生产者常是食品、开采或制造工业，他们希望得到固体，而液体最好是循环使用。还有，固体在粒度和纯度方面有一定技术要求，常需进一步加工并大都需要得到高固体含量的浓缩物。当然，助滤剂将会污染产品。

R. Bertera, H. Steven 和 M. Metcalfe 在 1984 年 6 月的 *The Chemical Engineer* 第 10—14 页对在交叉流动微孔过滤方面的这类需要，做了最新的详细讨论。

正如上述引文图 8 所示，如果在恒定浓度交叉流动（横向过滤）模式下，处理含微细无机物填料的料液，用穿过滤膜的清液去反洗，即使是最新的 1984 年商品恩卡—曼布兰纳有限公司（Enka Membrana A.G.）的过滤器组件，也会迅速堵塞并使清液通量不断下降。

不用助滤剂也能经济地克服固体严重堵塞是最迫切的问题。这类堵塞问题早已众所周知，而且工艺上记载了一些用气体代替清液去反洗，以避免清液回流到悬浮料液中去的尝试。因此，日本未审定的专利公开号 53 (1978)—108882 指明：

“由于本发明中不用滤液反向来清洗滤膜，先有技术方法的严重缺点（即滤液实质上返回原始料液）得以克服，对工业明显有利。”

气体穿过滤膜反向冲洗，对极微孔的过滤器，象反渗透膜和超滤器是不适用的，因为克服表面张力所需压力，远超过做这种用途的常用的空心纤维膜的强度；可润湿液体可以通过这种膜，但气体不行。穿过这类膜的每个气泡都表明在膜上存在有针孔状缺陷。因此，这项发明不适用于反渗透膜或真正的超滤器。

这项发明与微孔过滤器有关，该过滤器具有比超滤器大一些的孔，其范围为 0.001 至 10 微米。通常，较大的孔的分布应能使清液不具有任何可见的浊度。浊度不只涉及到颗粒物的尺寸，它由熟知的光学定律引出并服从该定律。

起初微孔过滤器迅速堵塞，是由于它们处理的颗粒物不是靠布朗运动或扩散而呈悬浮态，而是这些颗粒物以堵塞筛孔的方式填到与其粒度大小相似的孔中。

解决这一问题的一种先有技术，是让亲水的微孔过滤器在交叉流动模式下工作，用清液穿过滤膜来反洗。高的交叉流动速度要求悬浮料液处在与较大的纤维外表面相比为较小的腔内过滤表面一边。这样，反洗压力就必须加以限制，以避免压垮纤维。较小的过滤面积降低了产量，故通常不用这种手段来解决堵塞问题。

在日本公开专利 53 (1978)—108882 中披露了另一

个先有技术，其中的方法是用一种亲水的“聚乙烯醇（PVA）”纤维做成一种具有象一束散开的“蜡烛”那种形状的空心纤维束，以使得在用空气进行长时间（一分钟）的内腔反洗时使纤维束扭动。在这份日本说明书中叙述的这类“蜡烛”状过滤器更象一端封闭的过滤器，而不太象交叉流动套管型及管型过滤器，这些过滤器在其一端封闭，呈拉长的空心罐形状。

上述日本说明书的实例及单项权利要求中指出，所披露的发明是依赖空气流进空腔引起纤维的封闭端颤动或震动，因而可将加压悬浮料液罐中悬浮料液的百万分之50的细小的铁胶体分离出来。日本说明书指明：

“用这种方法（单靠空腔气体）沉积的微细颗粒物在引入压缩空气后能完全除去。”

我们的实验证明，这是由于“铁胶体”比孔更粗大，完全被挡在纤维表面。具有较宽粒度分布范围的其他堵塞物质如粗制蔗糖汁或淀粉废水，清除就会困难得多。

发现英国专利说明书2, 120, 952对上述亲水“聚乙烯醇（PVA）高聚物”多孔空心纤维的“蜡烛”形装置做了研制。在这份说明书中叙述的试验悬浮液只含百万分之5的氧化铁，平均粒径为0.6微米，并且粒径对孔径的关系也同样保证清洗不难进行。松散地捆扎纤维并将它们装入开口的套管，在一定程度上阻止了纤维束的扭动，这样就避免了纤维的缠结和断裂（这种断裂在前面提到的日本公开号53（1978）—108882中已谈及），但气体反洗需持续5分钟。

应当指出，有关的先有技术仅使用一种类型的纤维，名叫聚乙烯

醇纤维，它的本性是亲水的。但是，如果采用的是不润湿性铁胶体和憎水纤维，象聚丙烯纤维，气体反洗就会引起孔的堵塞。

这种气体堵塞在做了“饱和压力点”测定后，可由理论加以预测。在实用中这类气体堵塞是严重的。据我们所知，先有技术没有透露过用气体反洗实质上是憎水的纤维，并曾指出气体反洗从1分钟延长至5分钟会遇到气体堵塞的情况。

先有技术包括另外一篇与“罐中蜡烛”型几不相关的气体反洗报告，但所采用的是热固性的而不是热塑性的高聚物，以便制出一种化学上稳定的亲水过滤器。

这报告包括在苏联专利955, 986之中，该专利涉及大罐（250毫米长，70毫米口径及25毫米壁厚）的使用，这类罐是以抛光的硬微球用一种未公开的工艺制成的，微球材质是热固性塑料苯酚/甲醛，间苯二酚/甲醛，邻苯二酚/甲醛或蜜胺/甲醛。微球直径范围从0.5至5微米，具有0.1至1.6微米的孔。这些孔用微细的无机颗粒物渗入0.3至0.5毫米。虽然表面上满足了苏联说明书叙述的用途，但该设备与交叉流动装置及最小清液反洗是性质不同的。

尽管先有技术微孔过滤器能够将微细固体从悬浮液中加以回收，但它们的操作在这一点上尚未达到工业上的成功。此技术之所以没有获得公认的一个理由就是：由于孔径的变化，固体及过滤介质两者的性质及物理特性的变化，以及需要把孔撑大来除去截留固体，使得有效而快速地将微细固体从过滤介质中分离出来变得复杂了。

先有技术微孔过滤器用于分离微细固体尚未达到工业上的成功的另一个理由是，所用纤维对浓盐酸及氢氧化钠的稳定性太差，这些酸、

碱常被用来除去过滤器中的天然产物，后者存在于原料中，堵塞了过滤器的纤维。

此外，先有技术微孔过滤器的空心纤维会被次氯酸盐，氯气及过氧化氢迅速破坏，而这些物质是定期用来消毒和清洗过滤器的。

先有技术的另一缺点是，反洗循环未完成前，不能进行从过滤器容器中去除堵塞物的操作，这就增加了过滤器的停机时间。

本发明的目的是提供一种用交叉流动分离模式来浓缩悬浮液，和用逆流模式来排出截留固体，保证迅速除去截留固体的方法。这方法中的分离与排出模式能长时间地重复循环。

本发明的进一步目的是提供一种浓缩悬浮液中的固体的方法，该法可用一种弹性微孔空心纤维，这种纤维不仅经得住重复撑大，这种撑大在循环操作模式中是会常发生的，还经得住工业过滤条件下的化学环境。

根据本发明，提供一种浓缩悬浮液中固体的方法，该法的步骤包括：

(I) 将悬浮液加到套管或壳内的弹性微孔空心纤维的外表面上，使：

(a) 部分悬浮液通过纤维壁，从纤维腔中成为清液流出，

(b) 至少一部份固体截留在纤维上或纤维内，或相反在套管内，而未被截留固体连同残留液体一起从套管中除去，

(II) 从套管中排出截留的固体，通过纤维腔施加：

(a) 加压液体，使其通过基本上所有的孔，从而把基本上所有的孔都撑大，以洗出截留固体，接着，

(b) 压缩气体，使其通过较大的孔来撑大这些孔，以除去这

些孔内截留固体，并吹洗纤维的外壁和套管内部，将任何固体从套管内除去，转移到外部收集点。

做为发明的一种形式，使用压缩气体在开始阶段是用来反洗纤维的全部长度，其方法是在低于纤维壁饱和压力点的压力下，用气体置换所有空腔液体。然后用相对不可压缩的加料液密封套管，在被捕获的气体压力升高到超过饱和压力点时，气体也不能流过纤维壁。然后解除液体密封，让被俘获的气体通过纤维壁基本上均匀地逃逸，即使离空腔入口最远处亦如此，这样就减少了不断地优先冲洗气体入口附近的情况。

最好利用固体累积与固体排出的重复循环使发明的方法按连续流程来进行。可以估计到在理想纤维内，加压液体会通过所有的孔，然而实际上有一些孔具有比较更薄的壁，壁会被压扁使这些孔堵塞。

固体排出步骤之后，可能要延迟相当一段时间，再恢复悬浮料液流过纤维的步骤，以使扩张的孔能恢复到它们的原来孔径，因此悬浮料液中过大粒度的颗粒就不能进入或通过扩大了孔。

在某些情况下，恢复料液的流动可以被气体本身的作用来延迟，只要气体的压力高于悬浮料液的压力。由于在排出步骤结束时气体压力下降，纤维的孔将开始恢复，并且在气体压力降到低于供料压力之前，就已恢复到它们的原来孔径，于是可恢复部分料液流过纤维壁。

如果愿意，可以用阀门装置来控制从套管或壳内流出的被处理的悬浮料液，以产生反压力作用于进料液，并且这类阀门装置还能用于加压液体和气体逆行流动期间对悬浮料液入口的控制。

按照发明的另一方面，提供了一种浓缩器，用于回收悬浮料液中的微细固体，该浓缩器包括：

- (I) 套管；
- (II) 套管内的大量有弹性，空心，微孔高聚物纤维；
- (III) 向纤维外面供应加压悬浮料液的装置；
- (IV) 从纤维腔内吸出清液的装置，

(V) 先把液体后把气体在压力下送入纤维腔，以实现穿透滤膜来清洗纤维的装置，液体的压力要足够高，以撑大纤维的基本上所有的孔，气体的压力也要足够高，以确保气体能通过纤维的较大孔，以除去其内部截留的任何固体，并吹洗纤维的外壁和套管内部，将任何固体从套管内除去，转移到外部收集点。

在本发明的一个较好的方式中，浓缩器还包括用压缩气体置换纤维腔内液体后，将相对不可压缩液体密封在套管内的装置，因此，气体就可以在高于纤维壁的饱和压力点的压力下被捕获在腔内；还包括突然释放气体使其基本上均匀地通过纤维壁的装置。

纤维最好用热塑性高聚物来制造，诸如：

聚丙烯，聚4—甲基戊—1—烯，丙烯的共聚物，聚二氟乙烯叉，聚砜，聚硫化苯撑，聚氧化苯撑，苯氧基树脂，聚四氟乙烯及聚—氯三氟乙烯。

这类纤维价格便宜，并且具有令人满意的弹性，抗弯曲断裂性能和孔径，这使它们适用于各种温度下。

虽然纤维的选择取决于被处理悬浮料液的特性，但概括讲来，应该这样来选择纤维，以使得：

(a) 在此情况下孔径的分布能允许除去最小的希望除去的颗粒物，但是，

(b) 纤维的一些孔将能通过空气，并且所有的孔的直径在 10

微米以下，以及

(c) 纤维能抗强酸或强碱的清洗溶液，并能耐受反复加热或化学消毒，还有

(d) 在所有的孔用一定体积的清液（至少等于总的孔体积）进行压力清洗时，纤维的性质允许它的孔做弹性撑大，接着是，

(e) 在足够压力下用气体对已撑大的孔进行清洗，迫使气体通过绝大部分的较大的孔，将固体从纤维表面和套管壁清扫下来，送进一个转移装置，以便把累积的固体转移到系统外的收集器，和

(f) 纤维的弹性特性应使得孔的口径，在撑大之后到悬浮料液返回之前能迅速复原，这样就不会有过大的孔让被浓缩物质穿过或截留。

如果愿意，上述弹性高聚物纤维还能涂复上耐强酸和强碱的稳定的亲水性涂层。一些适合的亲水复合材料纤维，包括憎水微孔热塑性弹性基体及交联在孔壁上的亲水复盖层，在我们的共同未决的国际专利申请 PCT/AU 84/00179 中对此做了叙述。

在气体排出步骤的过程中，气体将置换那些饱和压力低于气体压力的纤维孔中的料液和/或清液。在聚丙烯和其他憎水纤维的情况下，这些孔将成为被空气堵塞状，但是，这可以用几种办法加以克服，例如：

(a) 在进行交叉流动操作之前或在操作当中，添加一个润湿剂处理步骤来处理憎水纤维，以降低料液对套管的表面张力，使其低于 5.0（最好为 3.2 至 3.5）达因/厘米，这时孔就成为亲水的，并且每隔一段时间就重覆处理一次，使亲水料液的痕量物吸附在憎水纤维上，

(b) 在最初或在选择了上述(a)法以后,用足够的供料压力处理憎水纤维,缩小残留在纤维孔内的气泡来帮助它们从孔中通过,并维持气体在料液和/或渗透液中的足够溶解度。

为了更容易了解这项发明和更容易进行实际操作,现对附图做如下参考说明:

图1为空心纤维交叉流动浓缩器原理图,图中所示为其浓缩或操作模式,

图2为类似于图1的原理图,所示浓缩器处于逆流清洗模式,

图3为空心纤维交叉流动浓缩器的清液通量随时间变化的曲线,

图4为根据本发明的一个实施方案做出的气体逆流清洗系统示意图,

图5为采用液体和气体反洗的空心纤维交叉流动浓缩器的清液通量随时间变化的曲线,以及,

图6为只用清液反洗的空心纤维交叉流动浓缩器的清液通量随时间变化的曲线。

在图1和图2中所示的空心纤维交叉流动浓缩器10包括一个滤筒套管11,其中安置了一束空心,多孔,高聚物纤维12。在本例中,每根纤维都是用聚丙烯制成,平均孔径0.2微米,壁厚200微米,内腔直径200微米。在束12内有3000根空心纤维,但不论每根纤维的尺寸,还是束内纤维的数量,均可按操作要求变化。

用聚氨基甲酸酯做的封头13、14,将纤维12的端部固定就位,但不堵塞它们的空腔,并封闭套管11的两端。要浓缩的悬浮料液通过悬浮料液入口15用泵送入套管11,然后通过空心纤维12的外壁。部分悬浮料液穿过纤维12的壁进入纤维空腔,做为清液通

过空腔出口 16 排出。

剩余悬浮料液及一些漂浮物在纤维 12 之间流动，并通过出口 17 排出套管 11。剩余的漂浮物则吸附在纤维的上面或内部，或残留在套管内。空腔入口 18 在图 1 所示浓缩器操作期间一直关闭。

为了除去残留物，把空腔出口 16 关闭，让清液停止流出，然后将加压的清液沿空腔入口 18 引入空腔，以及来撑大基本上所有的孔，并用至少是等于全部孔体积的清液去清洗它们。在清液清洗完成后，压缩气体沿空腔入口 18 进入，顺着纤维 12 的空腔穿过纤维壁进入悬浮料液/浓缩液流中，引起强烈的鼓泡，这样就可清除套管中的一切残留物，这些残留物可能是聚积在纤维的外壁上，或是在清液清洗时被从纤维孔内洗出来的。

在本发明的一个实施方案中（这对长而细的纤维特别适用）开启空腔出口 16 一段有限的时间后，压缩气体从入口 18 进入，并且气体沿着纤维 12 的空腔通过，这样就使得在这一阶段没有气体渗透纤维的孔。然后关闭套管入口 15 和套管出口 17 使充满液体的套管密封起来。即使气体压力升高了不少，超过了纤维壁的正常饱和压力点，气体还是不能透过微孔壁，因为套管内的液体是相对不可压缩的。这样，在纤维腔内就累积产生了一个高压气源。

这时出口 17 开启，使得气体沿每根纤维的全部长度从孔中透过。起初，鼓泡气体的振动是充分均匀的，但最终由于在薄的纤维处的粘滞压的下降，使在远离空腔入口 18 的一端处的鼓泡变慢了。在极个别情况下，在进行了上述的压缩、捕获气体操作后，希望让气体从空腔接口 16 和 18 两路进入。

最好在气体清洗后延迟相当的时间，再恢复悬浮料液的加入，以

便被气体撑大的孔能恢复到原来孔径，这样悬浮料液中过大粒度的颗粒就不能进入或通过扩大的孔了。

图 3 表示的是关于图 2 的叙述中固体排出对清液生产速率的影响。曲线 A 表示不进行固体排出时，清液通量随时间的衰减，而曲线 C 则表明在每次液体和气体配合排出循环后，清液通量的恢复情况。尽管固体的排出使清液通量几乎回到最初值，但在经过一段较长的时间后会发现有效通量下降，不论怎样陆续排出也如此。

本发明的清液/气体排出技术能提供用于图 4 所示的系统中，它可操作于几种模式下。在交叉流动浓缩模式下，泵 3 8 通过泵的抽吸管线 3 9 将悬浮料液从悬浮料液罐 2 7 中抽出，在那里通过入口压力阀 3 7，输送到悬浮料液入口 2 9（安装有悬浮料液截止电磁阀 4 1），进入交叉流动浓缩器 2 0。

悬浮料液通到交叉流动浓缩器 2 0 内的空心纤维表面上，并且有一些流体穿过纤维进入空腔被输送到清液出口管 2 1。管 2 1 内的清液进入清液滞留筒 4 7，该筒由电磁线圈 4 7 a 进行操纵，再通过清液控制阀 2 2（由电磁线圈 2 2 a 控制）和流量传感器 3 2，到达清液集存点。

交叉流动浓缩器 2 0 中的被浓缩悬浮料液流过止逆阀 3 5 和电磁线圈操纵的套管密封阀 5 5（如安装有的话）进入管线 2 8，由这里输送到三通浓缩液切换阀 3 0，它是由电磁线圈 3 0 a 控制的。阀 3 0 有出口通路（a）和（b），分别通向悬浮料液罐 2 7 和浓缩物集存点。在浓缩模式下，阀门 3 0 处于位置（a），因此被浓缩的悬浮料液经过反压阀 3 3 进入罐 2 7。

旁通管 4 0 上的旁通阀 3 4 同入口压力阀 3 7 一起控制着进入交

叉流动浓缩器20的流速。悬浮料液罐27安有悬浮料液入口53和冲洗入口52。

气体按要求通入管线23，此管线包括一个气体压力控制阀24，一个气体流量阀25，由电磁线圈26a控制的气体截止阀26及止逆阀51。

悬浮液入口压力，被浓缩的悬浮液出口压力及清液压力分别由阀37，33及22控制或操纵。在浓缩模式期间，阀26是关闭的，阀55是开启的以及阀30置于通路(a)。在本发明的这个实施方案中，在先用清液接着用气体反洗之后，恢复到浓缩模式时，在浓缩器套管20内建立压力是为了在预定时间内除去过滤器孔内的气体。

从阀22流出的液体用流量传感器32加以监测，检测到的参数用做程序控制器31的输入。控制器31将清液实际流量与预置流量值及时间进行比较以启动排出循环。

在本发明的这个实施方案中，有两条独立的确定浓缩器20排出的合适时间的准则。第一条准则是排出流量，一旦它低于预定和置入的流量值，控制器31便启动排出循环。第二条准则是时间，控制器在固定的时间间隔下启动排出循环。对液体流量下降不会非常快的悬浮料液而言，第二条准则更适用。

为了实现排出，程序控制器31指令电磁线圈22a，26a，43a及30a动作，将系统置于排出模式，其方法是依次地关闭阀22，开启阀26，关闭阀43以及改变三通浓集液切换阀30的出口通路到通路(b)，因此就能将连续可变体积的滞留清液和气体排放介质以及从纤维上除下的物质从系统中排出。

于是固体排出就被程序控制器31启动了，它指令电磁线圈26a

动作，开启气体阀 2 6，并开动清液滞留筒 4 7 的电磁线圈 4 7 a，使该设备中的液体在通过阀 2 6 提供的气体压力作用下排入空腔，并按和正常操作相反的方向横穿过纤维，以便扩张所有的孔和置换截留在纤维孔内的任何固体。

滞留筒 4 7 排空后，程序控制器 3 1 继续让气体流过阀 2 6 及管线 2 1 进入空腔并穿过纤维的较大的孔把浓缩液及固体冲出纤维，并冲洗套管内部。当气体排出阶段结束，电磁线圈 2 6 a 关闭了阀 2 6。

为了使沿着细窄纤维整个长度上较大的孔通过的气体排出得更均匀，最好在滞留筒 4 7 排空后，让气体通过空腔止逆阀 4 6 和空腔截止阀 4 3（由程序控制器 3 1 指令电磁线圈 4 3 a 把它开启）。然后，控制器 3 1 指令电磁线圈 5 5 a 关闭套管密封阀 5 5，指令电磁线圈 4 1 a 关闭加料截止阀 4 1，以使套管 2 7 内的气体压力上升到气体压力调节器 2 4 预置的最高压力。然后由控制器 3 1 指令电磁线圈 5 5 a，按预定的气体排出时间开启套管密封阀 5 5。待排出循环时间结束，程序控制器 3 1 指令系统转入如上述步骤的浓缩模式，只一点不同：在滞留筒 4 7 未被清液充满前，阀 2 2 一直是关闭的。

对某些悬浮料液的处理，特别在高压加料的情况下，在排出期间最好终止悬浮料液流动，这种情况下给控制器 3 1 编入程序使其在排出开始时，指令电磁线圈 4 1 a 动作以关闭阀 4 1，在排出结束时开启阀 4 1。这可以避免浓缩液被悬浮料液稀释，并保证撑大的孔有时间恢复其孔径，这样就防止过大粒度的固体进入其中。

对某些悬浮料液，可能希望以分级浓缩的形式将残留物收集起来。有几种选择方案能在采用图 4 所示浓缩系统的操作模式的条件下，使这类对截留物的收集更为可行和有效。例如，因为某些截留物在膜表

面上的累积比其他截留物更快，有可能在陆续的步骤中将一种截留物富集成较另一种更浓的浓缩液流，此方案的附加的优点是能使总通量更大些。为实现这种富集，在处理一批悬浮料液时，浓缩在纤维表面的截留物可以输送到不同的目的地，或者对分段的连续系统，把每一步的浓集流体收集在不同的容器中。

象盐类这样的非漂浮物，可启动洗涤循环从截留物中除去。在清洗模式下，悬浮料液入口 5 3 的悬浮料液被关闭，清水入口 5 2 被打开，用和清液排放流量一样的流量来漂洗截留物。清洗时间按标准工程计算技术求得的系统的滞留时间或半寿命来确定。

现在参照下述实例对本发明做进一步叙述，其中例 1 到例 5 在操作时采用了图 4 所示的浓缩器，但没有套管密封阀 5 5，止逆阀 4 6 及截止阀 4 3。

实例 1

在 7 8 · 3 升水中含有 1 4 6 · 2 克新沉淀的胶体氢氧化铝，向其中加入 2 8 1 · 9 克新沉淀的微细碳酸钙，制成液态加料悬浮物。氢氧化物的颗粒粒径比碳酸盐要小许多，但会非常快就堵塞住经亲水处理的聚丙烯 0 · 2 微米空心纤维。因此，为了快速分离浓缩物，首先要除去氢氧化物。

悬浮料液通入上述类型的交叉流动浓缩器，其中空心纤维面积是一平方米，用清液和空气穿过滤膜反洗。套管入口处悬浮料液压力为 2 0 0 千帕斯卡，出口压力调到 1 0 0 千帕斯卡。清液流量未予调节。当清液产率降低到低于上次再生值的 8 0 % 时，在 5 0 0 千帕斯卡压力下用清液和空气穿过滤膜进行反洗。

开始，浓缩器在一端封闭的模式下运行两次，生产率快速下降。

测定了两次实验中的清液产率下降到初始值 80 % 时所需的时间。悬浮料液的固体含量增加了，因为清液和被转移的固体排放出系统，根据对转移固体的分析及清液体积来计算变化着的悬浮料液的平均固体含量。

分析了转移固体中的铝和钙，就能够对除铝的选择性进行估价。对快速浓缩分离而言，先选择地除去快速堵塞物是关键性的。

当把铝除去后，堵塞引起排放速率下降 20 % 所需的时间（以秒计）就拉长了，这就表明堵塞程度降低了。所说的这段时间定义为实际应用的“20 % 堵塞指数”，但需要校正，以给出一个在该段时间的悬浮料液的均匀固体含量。在浓缩器系统的净化期间随着清液的迅速排出悬浮料液中的固体浓度连续上升，这个结果又缩短了堵塞时间并阻碍了选择性除去铝的效果，而选择性除铝可延长堵塞时间。

做了近似的校正，办法是将 20 % 堵塞指数乘以该时间下平均悬浮料液的固体含量。这样，校正过的堵塞指数近似等于 1 克/升固体含量下的 20 % 堵塞指数。当悬浮料液维持一个恒定浓度时，精确的比较最好在恒定浓度（清洗）模式下进行。

一端封闭模式试验完成以后，系统转为在清液和空气排出模式下的交叉流动操作。再把两种反洗的结果取平均值并重复实验。实验结果所表明的选择性转移掉快速堵塞固体对降低堵塞频率和增加总渗透流量的影响列于表 I。

先用液体然后用空气排出模式的交叉流动过滤试验表明，选择性除去氢氧化铝所获的过滤速率是一端封闭模式的三倍，说明交叉流动模式较不搅动悬浮料液“腊烛”模式或一端封闭模式都要优越。提高氢氧化铝的去除率就可延长两次反洗之间的校正时间，该校正时间相

当于在一端封闭模式校正时间的 285 %。

对残余的 20 · 3 升浓缩物进行了分析。对浓缩器进行了很好的冲洗和空气吹洗。残余浓缩物中铝贫化了 13 %，因为有部分铝被选择性地排除到转移的部份中去了。粘着在浓缩器内的物质很容易用盐酸除去。

表 I

选择性转移掉固体对降低堵塞频率和增加总清液产率的影响

	开始的混合物	一端封闭	第一次交叉流动	第二次交叉流动	残余物	备注
悬浮料液固体 (克/升)	5.47	6.87	10.07	13.12	14.46	1、增加是因为液体脱离了再循环
被转移的固体 中的 Ca/Al	2.24	1.95	1.48	1.45	2.73	2、被转移的固体中的这个比例较低表示成功
转移的 % Al 的增加	—	10%	30%	32%	-13%	3、被转移固体富集铝正是所希望的
清液产量下降 20%的未校正时间(秒) (见前面定义)	—	365	404	545		4、堵塞速率的绝对下降
清液产量下降 20%的校正时间(秒/升) (见前面定义)	—	2504	4068	7144		5、在相同固体的基础上相比较,堵塞速率下降非常快

实例 2：

将城市自来水通入交叉流动浓缩器中，它包含一束 2500 条憎水的聚丙烯纤维，每根为 500 毫米长和 200 微米孔径，200 微米的壁厚。纤维用异丙醇预润湿过。悬浮料液入口压力是 60 千帕斯卡，出口压力低于 2 千帕斯卡（清液的反压力不能测）。这样，平均穿过滤膜压力为 29 千帕斯卡。

先是液体然后是空气的排出，在 500 千帕斯卡压力下每 2 分钟进行 6 秒钟。几次循环之后，液体排出速率从 480 升/平方米/小时下降到 100 升/平方米/小时，这是由于空气堵塞在纤维的较大孔内，并阻挡了太低的 29 千帕斯卡的穿过滤膜压力。进一步用空气排出，导致纤维实际上全被空气堵塞住。

在分别重复的这种实验中，空气堵塞可用下述方法慢慢清除：

- (a) 提高平均穿透滤膜压力，
- (b) 提高悬浮料液的流量，
- (c) 在浓缩器的操作条件下，用空气对悬浮料液做未饱和性溶解，
- (d) (a) 和 (b) 结合采用，以及
- (e) 将 (a)，(b) 和 (c) 结合采用。

降低表面张力也能恢复排出的液体流量。

温度对悬浮料液的影响有些复杂，低温有利于气体的溶解，而高温有利于气体的扩散。这些影响势必会相互抵消，直到接近沸点温度，这时空气的溶解度极小，使得清洗非常慢，只有高于饱和压力才会得到满意的结果。

实例 3 :

重复实例 2, 采用的穿透滤膜压力为 5 0 千帕斯卡及交叉流量为 3 6 0 0 升/小时, 温度 2 5 °C。憎水纤维很快被空气堵塞, 渗透速率降到 7 5 升/平方米/小时。

然后将悬浮料液入口压力从 6 0 千帕斯卡提升到 6 5 千帕斯卡, 得到流量为 1 1 3 升/平方米/小时, 此流量在 1 0 分钟试验期间内维持稳定。

表 II 为入口悬浮料液压力从 8 5 千帕斯卡分步升高到 3 2 2 千帕斯卡时所得到的结果:

表 II

增加悬浮料液的压力到饱和压力点对清液排放量的影响

悬浮料液压力 (千帕斯卡)	清液排放量		经过的时间 (分钟)
	升/平方米/小时 开始	升/平方米/小时 终了	
8 5	1 3 9	1 1 3	2 6
1 0 5	1 3 8	1 2 4	1 4
1 2 5	1 5 7	1 2 8	2 6
1 4 8	1 5 7	1 4 1	5
1 6 8	1 7 1	1 5 6	1 3
1 9 0	1 8 9	1 6 3	1 5
2 1 0	2 1 1	2 0 0	4
2 3 3	2 0 0	1 8 9	1 1
2 5 5 (*)	2 1 1	2 4 8	1 1
2 9 5	3 6 0	3 6 0	9
3 2 2	3 6 0	3 6 0	7

(*) 饱和压力点；注意在超过饱和压力点后堵塞清除的第一个证据。

然后对悬浮料液加以改进，其方法是加入0.02%（重量/体积）的十二烷基苯磺酸钠于溶液中，以帮助除去空气堵塞。在不同入口压力下取得的结果见表Ⅲ：

表 Ⅲ
采用表面活性剂除去空气堵塞

悬浮料液压力 (千帕斯卡)	清液排放量		经过的时间 (分钟)
	升/平方米/小时		
	开始	終了	
322	480	480	2
100	280	370	20
322	1100	稳定的	2
85	470	回到全润湿	

从以上结果可注意到，憎水纤维在液体/气体排出时最初堵塞非常快。利用悬浮料液穿过滤膜的壓力可以使流量有所增加，但增加的不多（在某些情況下还减小），而按水力学压力加于一些打开的孔预计，流量的增加要更大一些。渗透量慢慢下降的趋势表明纤维孔的压缩或堵塞的影响，要胜过任何空气缓慢从孔内扩散出的影响。

在饱和压力点清液产量极剧增加，然后就缓慢而稳定地上升。可以看到空气在清液中释放出来。

向悬浮料液中突然加入润湿剂，对清液的产量有惊人的影响。象予料那样，应用浓的润湿剂比用同样数量稀释在溶液中更好。

结果表明，如果采用液体和空气排出，最好用不溶性亲水物料涂

复的办法将憎水纤维变为永久亲水的。

当然这适用于较小的孔，这类孔最好保持充满液体，如果这些孔处在它们固有的憎水状态，就可能被气体堵塞。处于气体堵塞状态下，它们比起较大的孔更难靠提高加料压力来重新润湿，一些较大的孔在每次气体反洗时都被吹洗，因为气体反洗压力超过它们的饱和压力点，但如果悬浮料液压力超过饱和压力点，气体阻塞又会很快清除。饱和压力点介于这两个压力之间的孔，最难维持在润湿状态。

在憎水纤维用于交叉流动模式时，可以在悬浮料液中使用一小块适宜的表面活性剂。在使用油酸钾做表面活性剂的情况下，它一定会被悬浮料液罐内的稀释钙盐消耗掉，形成不溶性油酸钙，它为纤维所排斥。

如果不允许加入表面活性剂，应当降低纤维内的温度并且应当在此温度下对悬浮料液施加所能允许的最高穿透滤膜压力。然后使浓缩系统运行在那种压力下，直到清液产量不再由于除去空气堵塞而增加为止。

当气体堵塞再次发生时，需重复上述两种处理。悬浮料液中含有象糖、浆汁、牛奶、淀粉废水及啤酒厂废水等生物物质时，纤维很快由于吸附了亲水物质而变为亲水的了，并且以上所述的补救办法只需用于开始使用的几个小时。亲水物质常被化学清洗步骤除去，故上述处理需重复进行。

实例 4：

将 50 升水解小麦淀粉样品用 50 微米筛粗滤，再加入脂肪酸以得到混浊的悬浮物。将这种悬浮物通过图 4 所示的装置，该装置采用聚丙烯空心纤维浓缩器，它接在切换阀 30 的转移通路上，没有安装

阀 5 5，4 6 和 4 3。用表面活性剂溶液事先将纤维润湿，为了快速润湿，用泵压送该溶液，接着以水清洗之。悬浮料液压力为 2 0 0 千帕斯卡，其反压力为 1 6 0 千帕斯卡，清液产量是 5 8 升/小时，2 4 分钟后降至 3 1 升/小时。

然后用清液管线中的少量清液反洗纤维，其用量超过总纤维孔体积，用突然加上压力为 5 0 0 千帕斯卡的air的办法进行冲击式冲洗。接着通入 1 0 秒钟的air。在 4 0 0 千帕斯卡下，纤维孔只被轻微撑大，在 5 0 0 千帕斯卡下得到充分撑大。

清液产量马上恢复到开始的 5 8 升/小时。再经过 1 5 分钟一段时间后，清液产量又降到了 3 1 升/小时。再重复冲洗循环，又一次回到开始时的 5 8 升/小时。整个循环又重复了一遍，得出图 3 一样的曲线。

这种难以处理的悬浮物含有浓的固体，把该悬浮物快速分离即产生粘稠的浓缩物和澄清淡褐色清液。本发明方法干得很出色。特别是需要气体来膨胀纤维表面并清除表面上的浓缩物结块，这一点已通过透明套管的浓缩器实验加以证实。

实例 5：

将憎水的聚丙烯空心纤维上的孔用亲水的交联的聚酰胺衬里，用这种复合材料制成浓缩器，用来浓缩废鸡蛋粘朊。浓缩器具有透明套管。当悬浮料液平均压力为 1 0 0 千帕斯卡时，起始清液流量为 2 0 升/小时，但在 2 0 分钟后降为 1 2 升/小时。

可以看到粘稠的粘朊涂复在纤维上，而且看来是表面冻胶层限制了流量。进行了验证这种假定的试验，只用air在 5 0 0 千帕斯卡压力下反向通过。可以看到除去表面浓缩物累积的迹象，但清液产量仅

升到 15 升/小时。

将清液加压反向流过仅 5 秒钟，压力为能使孔撑大的 500 千帕斯卡，以使液体置换孔内的孔体积，这样就将流量恢复到起始的 20 升/小时。我们发现先用清液洗 5 秒钟，再用空气洗 3 秒钟，两种都在能使孔撑大的 500 千帕斯卡的压力下进行，即使使用三倍高浓的粘朐，也能将粘朐恢复到相同的流量。

这样，就可以看出，用清液来撑大孔的方式反向冲洗来除去孔内物质的方法，对一切孔都是有效的，但不能充分去除表面浓缩物。气体的作用对除去形成了冻胶限制层的表面浓缩物最为有利。联合作用是必不可少的。

实例 6：

进行了过滤器的比较试验，所用原料为氢氧化铁，所用的两个浓缩器，一个象图 4 所示，而另一个只是设有阀门 43、46 及 55。实验表明，对于改进过的浓缩器，在原先的对纤维束的清洗过程中（先密封外套来加压空腔，然后放压），只用半个循环就完成了反洗操作。

实例 7：

用香草提取物为原料重做实例 6 并得到类似结果。

实例 8：

悬浮料液是由 2.5 克/升的膨润土和 2.5 克/升的硅藻土组成的，温度为 43 摄氏度。料液用空心纤维交叉流动浓缩处理，和前面叙述的图 4 的系统一致，用滞留筒 47 中清液进行脉冲反洗，用量仅等于孔的体积。每 10 分钟进行 4 秒钟的均匀气体排放。

浓缩器最初以 800 升/小时通入自来水。膨润土/硅藻土悬浮

液稳定在平均峰值通量 5 7 6 升/小时，这时穿过滤膜的平均压力为 1 5 0 千帕斯卡，见图 5 所示。

然后把进料切换到过滤过的自来水将黑褐色固体转移到收集器，和对整个设备进行冲洗，固体被全部冲洗出并且自来水通量回到初始的 8 0 0 升/小时的通量。因而对这样的严格使用而言，反洗系统及图 4 设备的设计是完全令人满意的。

比较起来，图 6 表示较低的平衡峰值通量，平均为 4 6 6（与前面的 5 7 6 比较）升/小时，在同样的加料和温度条件下，但每十分钟一次的反洗不用气体而只用渗透液，用量为每平方米滤筒一升。这样更大量使用渗透液进一步把产率减少了 6 升/小时。因此本发明的联合脉冲渗透液/气体脉冲系统比已知流行的单独用渗透液反洗要优越得多。渗透液单独反洗只能较低程度地去除堵塞，这一点已由下述事实表明：当把加料转换到过滤过的自来水，单用渗透液时没有完全清洗好滤筒。即使长时间操作，也只能部分地恢复起始水通量，实际上也只能达到 7 8 7 升/小时，而不是最初的 8 0 0 升/小时。这和上面给出的当按本发明方法对被堵塞纤维进行冲洗时，完全恢复了渗透液流量形成了对比。

勘 误 表

文件名称	页	行	补 正 前	补 正 后
说 明 书	1	1 1	生产者	制造业
			他们	即
	4	6	会	后
		2 4	稳定性	耐蚀性
	7	1 5	乙烯叉	乙烯
	8	1 4	及交联在孔壁上的	及在孔壁上有交联的
		2 0	添加一个润湿剂	使憎水纤维经受
		2 1	处理步骤来处理憎	润湿剂的活塞式流动
			水纤维	
		2 3	使	当
		2 4	上	上时
	9	1	在最初或在选择了	在选择了上述(a)法
			上述(a)法以后	的最初或以后
		2 1	甲酸酯	甲酸乙酯
	1 0	2 3	进入	通过
	1 1	8	能提供用于图 4 所	能用图 4 所示的系统加
			示的系统中	以实现
	1 2	7	操纵	调定
		1 0	建立	调定
		1 2	预置	预设定
		1 5	置入	设定

勘 误 表

文件名称	页	行	补 正 前	补 正 后
说 明 书	1 3	1 2	套管 2 7	套管 2 0
		1 3	预置	设定
		1 6	未被	被
	1 5	1	测定	记录
	2 3	1 4	改进过的	前一个
		1 5	在原先的对 只用半个循环就	在对 只用改进浓缩器所需循环时间的一半就

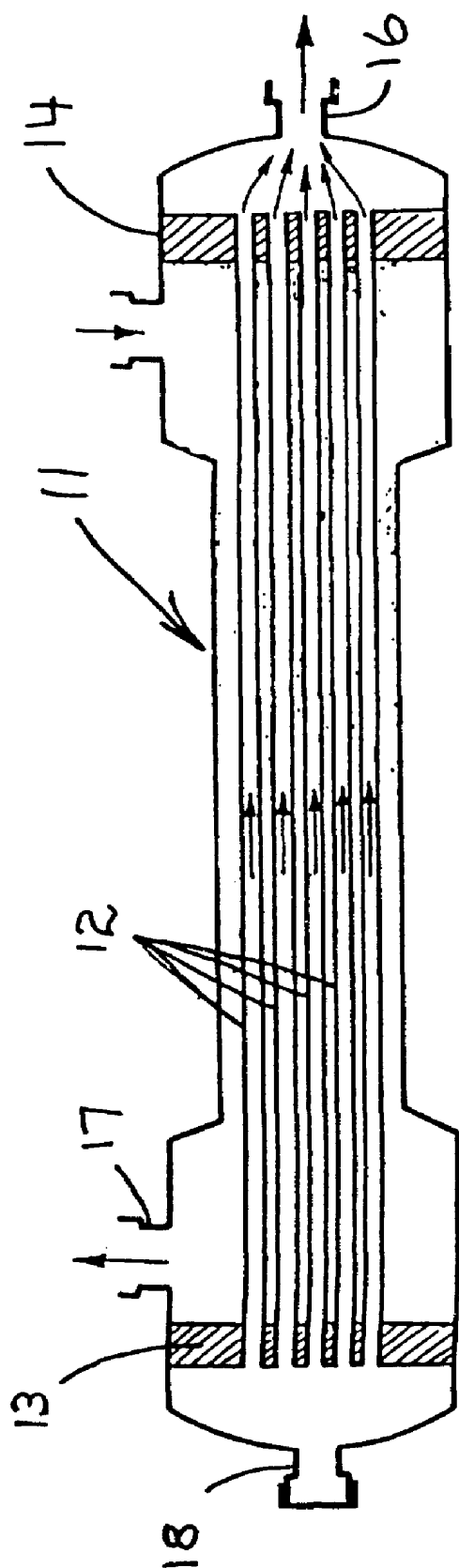


图 1

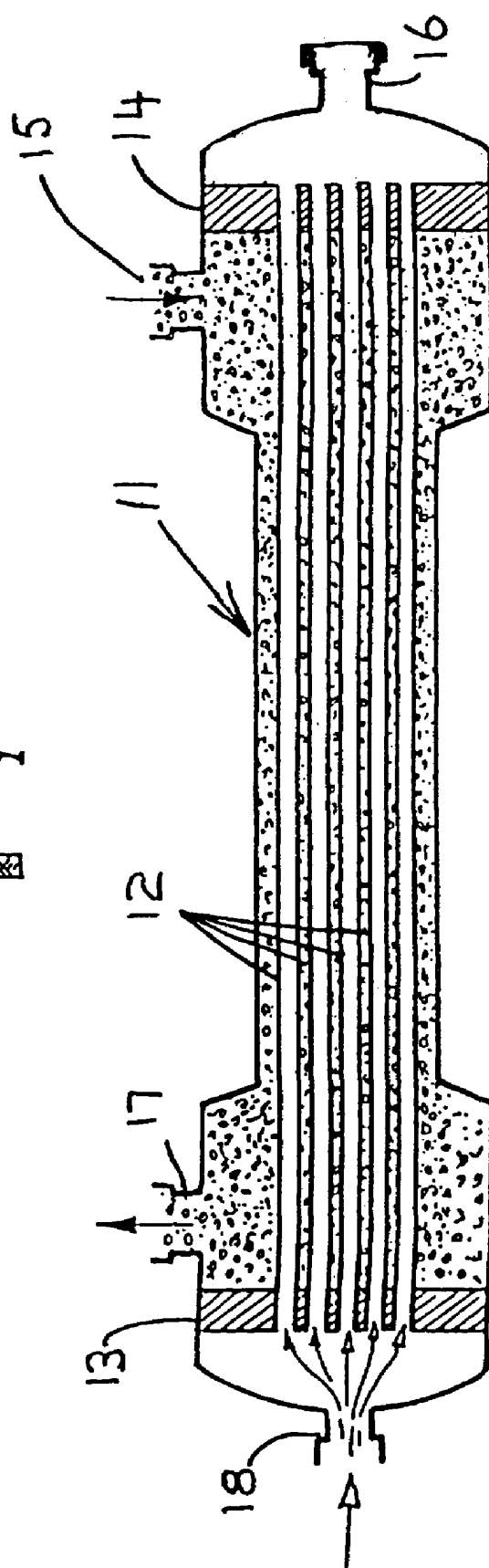


图 2

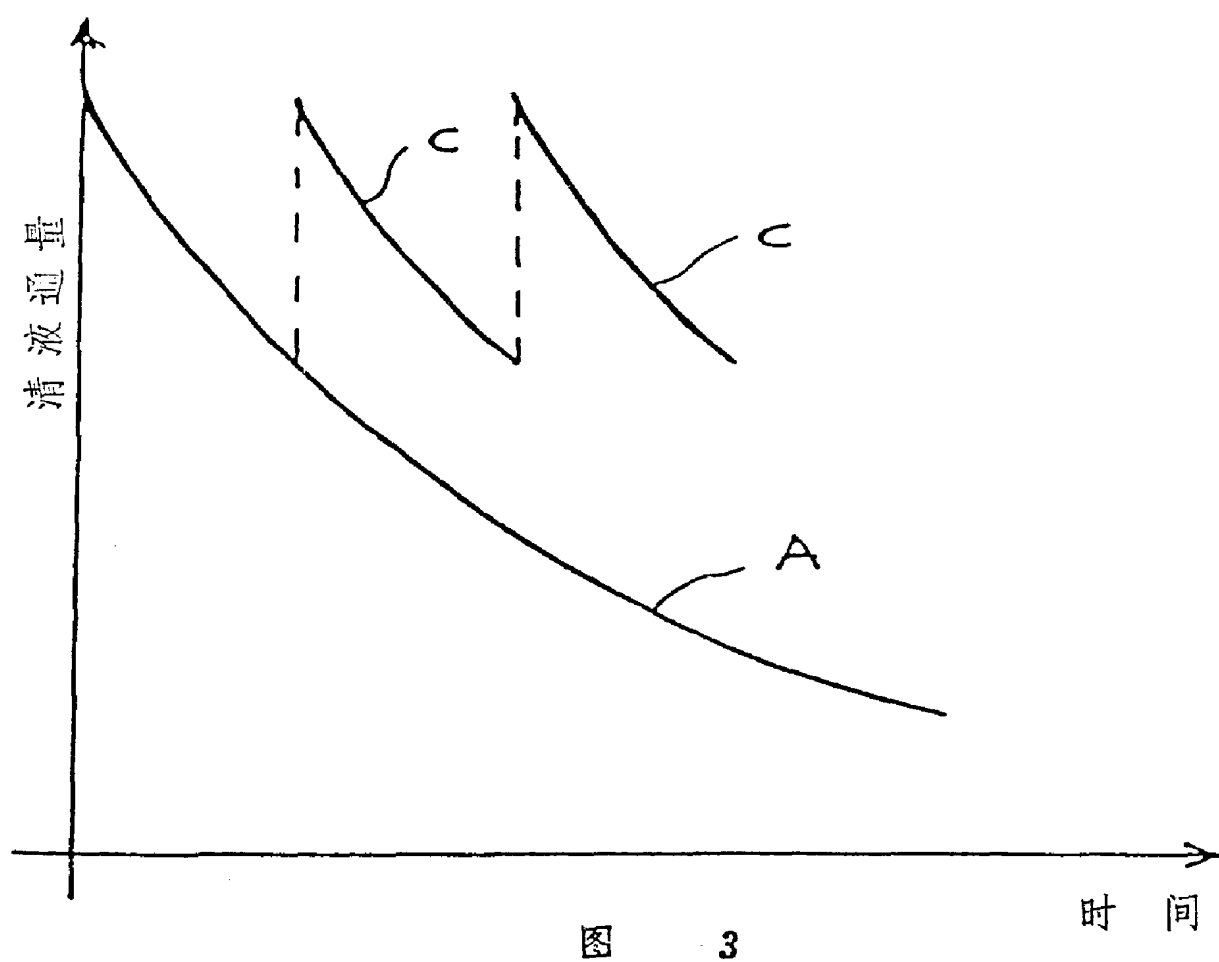


图 3

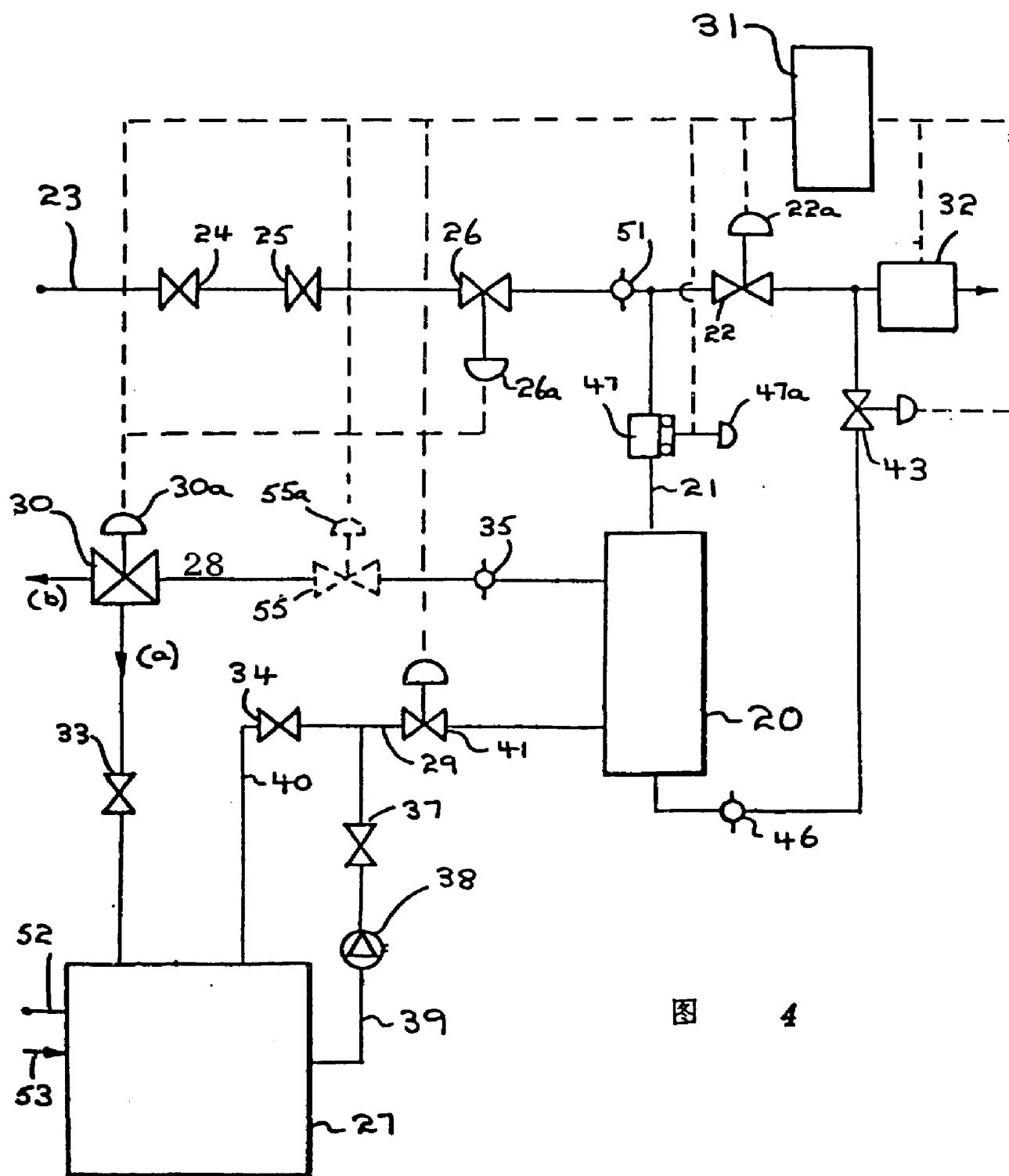
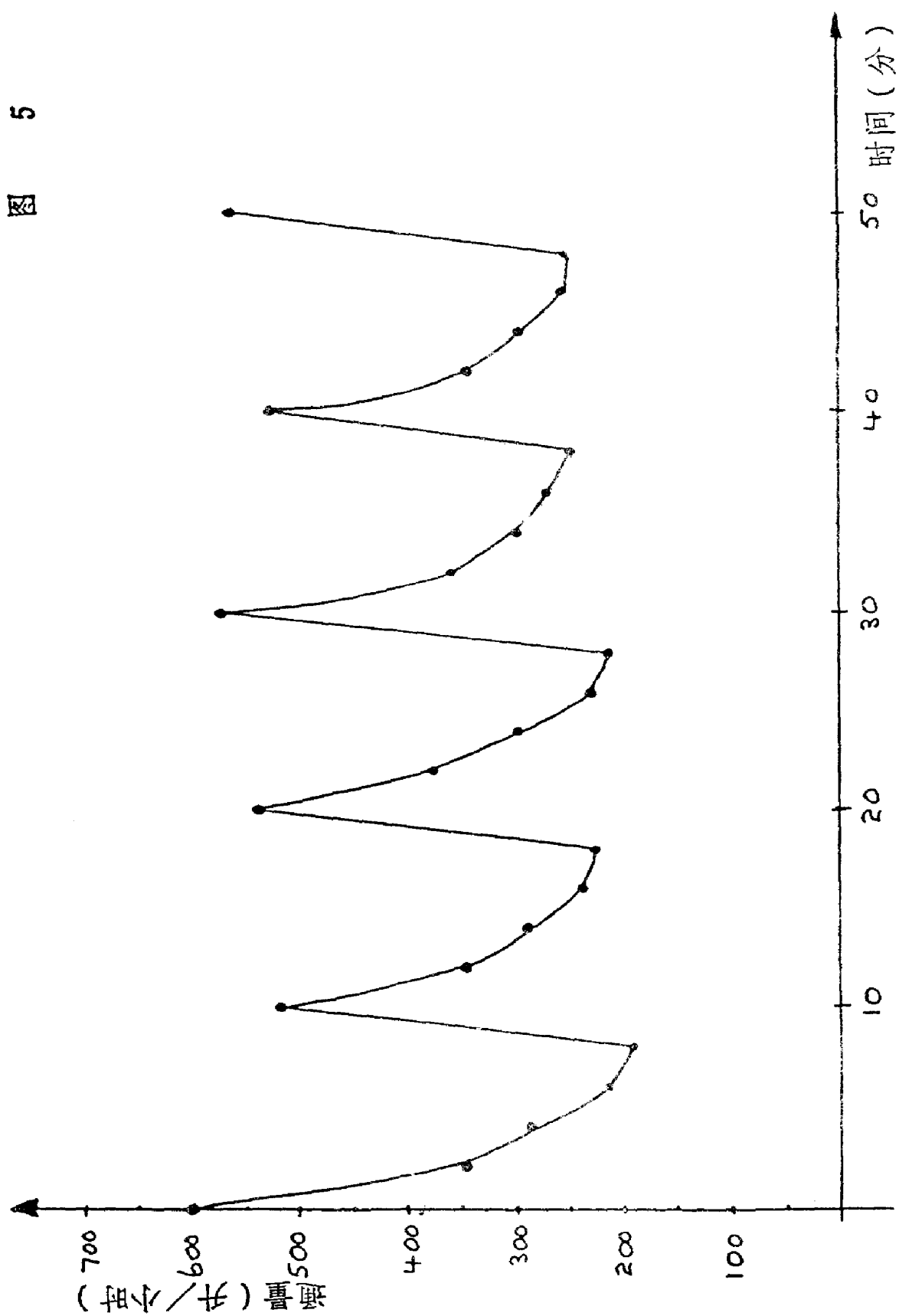


图 4

图 5



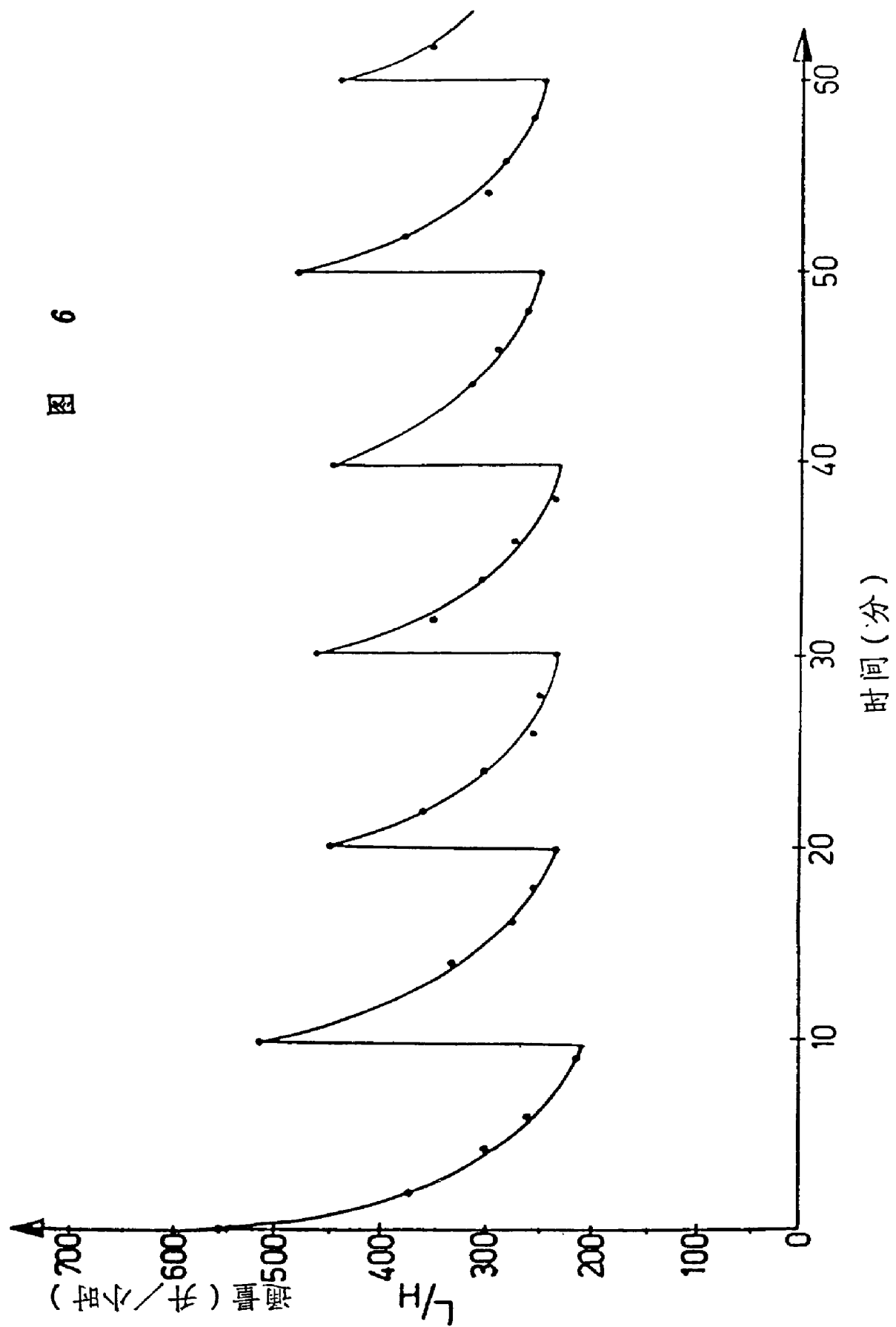


图 6